

Derwent WPI  
(c) 2008 The Thomson Corporation. All rights reserved.

0009710623

WPI Acc no: 1999-552175/199947

XRAM Acc no: C1999-161358

**Separation of phthalic anhydride vapor from a gas stream by cooling and solidification**

Patent Assignee: METALLGESELLSCHAFT AG (METG); MG TECHNOLOGIES AG (METG)

Inventor: BIRKE G; FRANZ V; HIRSCH M

Patent Family ( 15 patents, 25 & countries )

| Patent Number | Kind | Date     | Application Number | Kind | Date     | Update | Type |
|---------------|------|----------|--------------------|------|----------|--------|------|
| DE 19813286   | A1   | 19990930 | DE 19813286        | A    | 19980326 | 199947 | B    |
| WO 1999048583 | A1   | 19990930 | WO 1999EP1158      | A    | 19990223 | 199948 | E    |
| EP 1067995    | A1   | 20010117 | EP 1999942579      | A    | 19990223 | 200105 | E    |
|               |      |          | WO 1999EP1158      | A    | 19990223 |        |      |
| CN 1287504    | A    | 20010314 | CN 1999801834      | A    | 19990223 | 200141 | E    |
| KR 2001033783 | A    | 20010425 | KR 2000707312      | A    | 20000629 | 200164 | E    |
| JP 2002507474 | W    | 20020312 | WO 1999EP1158      | A    | 19990223 | 200220 | E    |
|               |      |          | JP 2000537625      | A    | 19990223 |        |      |
| US 6368389    | B1   | 20020409 | WO 1999EP1158      | A    | 19990223 | 200227 | E    |
|               |      |          | US 2000554925      | A    | 20000518 |        |      |
| EP 1067995    | B1   | 20030409 | EP 1999942579      | A    | 19990223 | 200325 | E    |
|               |      |          | WO 1999EP1158      | A    | 19990223 |        |      |
| DE 59904956   | G    | 20030515 | DE 59904956        | A    | 19990223 | 200340 | E    |
|               |      |          | EP 1999942579      | A    | 19990223 |        |      |
|               |      |          | WO 1999EP1158      | A    | 19990223 |        |      |
| ES 2195603    | T3   | 20031201 | EP 1999942579      | A    | 19990223 | 200406 | E    |
| TW 546255     | A    | 20030811 | TW 1998115514      | A    | 19980917 | 200408 | E    |
| IN 195140     | B    | 20050121 | IN 1998KO1388      | A    | 19980804 | 200534 | E    |
| CN 1140309    | C    | 20040303 | CN 1999801834      | A    | 19990223 | 200577 | E    |
| KR 519027     | B    | 20051005 | WO 1999EP1158      | A    | 19990223 | 200680 | E    |
|               |      |          | KR 2000707312      | A    | 20000629 |        |      |
| JP 4054176    | B2   | 20080227 | WO 1999EP1158      | A    | 19990223 | 200817 | E    |
|               |      |          | JP 2000537625      | A    | 19990223 |        |      |

Priority Applications (no., kind, date): DE 19813286 A 19980326

Patent Details

| Patent Number                       | Kind | Lang        | Pgs | Draw | Filing Notes |
|-------------------------------------|------|-------------|-----|------|--------------|
| DE 19813286                         | A1   | DE          | 5   | 1    |              |
| WO 1999048583                       | A1   | DE          |     |      |              |
| National Designated States,Original |      | CN JP KR US |     |      |              |

|                                     |   |
|-------------------------------------|---|
| Regional Designated States,Original | AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE |
| EP 1067995                          | A1 DE PCT Application WO 1999EP1158                   |

|                                     |   |  |   |
|-------------------------------------|---|--|---|
| Regional Designated States,Original | AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE | Based on OPI patent  | WO 1999048583   |
| JP 2002507474                       | W JA I3   | PCT Application<br>Based on OPI patent                                       | WO 1999EP1158<br>WO 1999048583                                |
| US 6368389                          | B1 EN   | PCT Application<br>Based on OPI patent                                       | WO 1999EP1158<br>WO 1999048583                                |
| EP 1067995                          | B1 DE   | PCT Application<br>Based on OPI patent                                       | WO 1999EP1158<br>WO 1999048583                                |
| Regional Designated States,Original | AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE |  |   |
| DE 59904956                         | G DE  | Application<br>PCT Application<br>Based on OPI patent<br>Based on OPI patent | EP 1999942579<br>WO 1999EP1158<br>EP 1067995<br>WO 1999048583 |
| ES 2195603                          | T3 ES   | Application<br>Based on OPI patent   | EP 1999942579<br>EP 1067995                                   |
| TW 546255                           | A ZH  |  |   |
| IN 195140                           | B EN  |  |   |
| KR 519027                           | B KO  | PCT Application<br>Previously issued patent<br>Based on OPI patent           | WO 1999EP1158<br>KR 2001033783<br>WO 1999048583               |
| JP 4054176                          | B2 JA 7   | PCT Application<br>Previously issued patent<br>Based on OPI patent           | WO 1999EP1158<br>JP 2002507474<br>WO 1999048583               |

### Alerting Abstract DE A1

NOVELTY - Separation of phthalic anhydride (I) vapor from a gas stream involves cooling the gas and solidifying (I) in a condenser with an indirectly cooled fluidized bed of granulate containing (I). The vapor is cooled and solidified and (partly) falls into the fluidized bed, from which the granulate is discharged.

DESCRIPTION - Separation of phthalic anhydride (I) vapor from a gas stream involves cooling the gas and solidifying (I) in a condenser with an indirectly cooled fluidized bed of granulate containing (I). The gas stream containing (I) vapor is passed upwards through an open-ended vertical tube in the lower part of the condenser, so that both the tube and its open top end are surrounded by the indirectly cooled fluidized bed at 20-90(deg)C, which is fluidized to a suspension density of 300-700 kg/m<sup>3</sup> by fluidizing gas introduced at the bottom. There is no fluidized bed inside the tube. The granulate above the open end of the tube enters the gas stream containing (I) vapor and is carried through the quiet zone of the condenser above the fluidized bed, so that the (I) vapor is cooled and solidified and (partly) falls into the fluidized bed. The gas is discharged from the quiet zone and condenser and the granulate containing (I) is discharged from the fluidized bed.

USE - The process is useful for separating (I) from a gas stream produced by catalytic oxidation of o-xylene or naphthalene with air.

**ADVANTAGE** - If the gas is passed into the bottom of a cooled fluidized bed, very stable gas bubbles form and at most 50% of the (l) vapor condenses. With the present method, over 90% of the (l) vapor is cooled and solidified and no gas bubbles can form.

**DESCRIPTION OF DRAWINGS** - The drawing is a flow diagram of the process.

1 Tubular reactor for producing (l) from naphthalene or o-xylene and air

2, 5, 5b, 7, 15, 16, 17, 18, 23, 25, 27, 28, 30, 32 Pipes

4 Waste heat boiler

6 Open valve

8 Closed valve

9 Final condenser

9a Quiet zone

10 Vertical tube

10a Open end

11 Gas distributor

12 Distribution chamber

13 Fluidized bed

14 Cooling elements

19, 29 Blowers

20 Duct

21 Separator

22 Buffer vessel

24 Dosing unit

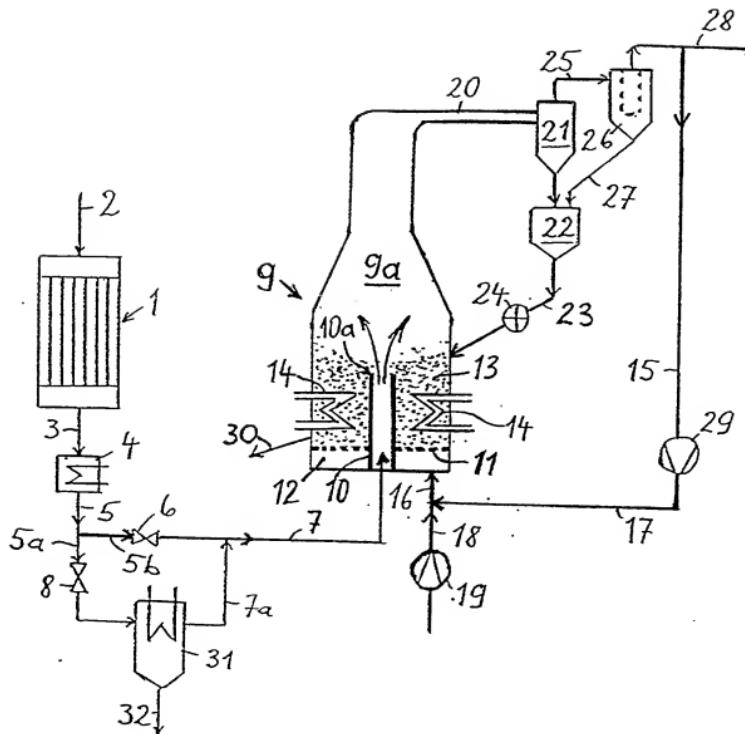
26 Filter

31 Condenser

### **Technology Focus**

**CHEMICAL ENGINEERING** - Preferred conditions: The amount of solids entering the gas stream from the fluidized bed near the open end of the tube is 10-50 kg/Nm<sup>3</sup>. The fluidizing gas is air and/or (part of) the gas discharged from the condenser and freed from solids. The granulate in the fluidized bed has  $\sim 80$  wt.% particles with a size  $\sim 1$  mm. The fluidized bed may contain an ancillary granulate. The gas stream containing (l) vapor may be cooled in one or more stages before it enters the tube, especially in an indirect heat exchanger from which liquid (l) is discharged.

### **Main Drawing Sheet(s) or Clipped Structure(s)**



&

**Title Terms** /Index Terms/Additional Words: SEPARATE; PHTHALIC; ANHYDRIDE; GAS; STREAM; COOLING; SOLIDIFICATION

**Class Codes**

International Patent Classification

| IPC                                       | Class Level | Scope | Position | Status | Version Date |
|---|-------------|-------|----------|--------|--------------|
| B01D-007/02; C07C-051/573;<br>C07D-307/89 |             |       | Main     |        | "Version 7"  |
| B01D-0007/02                              | A           | I     | L        | R      | 20060101     |
| B01J-0008/00                              | A           | I     |          | R      | 20060101     |

|              |   |   |   |   |          |  |  |
|--------------|---|---|---|---|----------|--|--|
| B01J-0008/18 | A | I |   | R | 20060101 |  |  |
| C07C-0051/43 | A | I |   | R | 20060101 |  |  |
| C07D-0307/89 | A | I | F | R | 20060101 |  |  |
| B01D-0007/02 | A | I | F | B | 20060101 |  |  |
| C07D-0307/89 | A | I | L | B | 20060101 |  |  |
| B01D-0007/02 | C | I | L | R | 20060101 |  |  |
| B01J-0008/00 | C | I |   | R | 20060101 |  |  |
| B01J-0008/18 | C | I |   | R | 20060101 |  |  |
| C07C-0051/42 | C | I |   | R | 20060101 |  |  |
| C07D-0307/00 | C | I | F | R | 20060101 |  |  |
| B01D-0007/02 | C | I |   | B | 20060101 |  |  |
| C07D-0307/00 | C | I |   | B | 20060101 |  |  |

**ECLA:** B01J-008/00J2, B01J-008/18K4, C07C-051/43+63/16

**ICO:** L01J-208:00C2D2D, L01J-208:00C2D6B

**US Classification, Current Main:** 95-275000; **Secondary:** 55-282500, 55-338100, 55-340000, 55-474000, 95-276000, 95-290000, 96-373000

**US Classification, Issued:** 95276, 95290, 96373, 55282.5, 55338.1, 55340, 55474, 95275

File Segment: CPI

DWPI Class: A41; E13

Manual Codes (CPI/A-N): A01-E11; E06-A02A; E11-Q01

### Chemical Indexing

Derwent Registry Numbers: 0517-P; 0517-U; 0578-S; 0578-U; 0619-S; 0619-U; 1779-S; 1779-U

Chemical Fragment Codes (M3) :

\*01\* M905 M904 M910 D013 D111 J5 J522 K0 L9 L930 M280 M320 M412 M511 M520  
 M530 M540 M720 N163 N204 N209 N213 N221 N222 N306 N309 N341 N411 N423  
 N512 N513 N521 Q110 Q431 R00517-K R00517-P 919-K 919-P 919-U  
 \*02\* M905 M904 M910 G011 G100 M210 M211 M240 M282 M320 M414 M510 M520 M531  
 M540 M610 M730 R00619-K R00619-S 547-K 547-S 547-U  
 \*03\* M905 M904 M910 G000 G221 M280 M320 M414 M510 M520 M531 M540 M610 M730  
 R00578-K R00578-S 178-K 178-S 178-U  
 \*04\* M905 M904 M910 C108 C550 C810 M411 M730 R01779-K R01779-S 217-K 217-S  
 217-U

Specific Compound Numbers: R00517-K; R00517-P; R00619-K; R00619-S; R00578-K; R00578-S; R01779-K; R01779-S; R00517

Derwent Chemistry Resource Numbers: (Linked) 919-K; 919-P; 919-U; 547-K; 547-S; 547-U; 178-K; 178-S; 178-U; 217-K; 217-S; 217-U; 547-CL; 178-CL; 919-CL; 919-PRD; 217-CL; 919  
 (Unlinked) 178-S; 178-U; 217-S; 217-U; 547-S; 547-U; 919-P; 919-U

### Key Word Indexing

\*1\* 547-CL 178-CL 919-PRD 217-CL

Polymer Indexing

(01)  
\*001\* 018; G1401 G1398 G4024 D01 D24 D22 D32 D42 D50 D65 D77 D88 F39 E00  
E19 R00517-R 919-R; H0271; L9999 L2471; L9999 L2062; L9999 L2084;  
L9999 L2437-R; L9999 L2835  
\*002\* 018; ND03; ND05; K9416; K9972; J9999 J2971 J2915; N9999 N5812-R

## Original Publication Data by Authority

### China

**Publication No.** CN 1140309 C (Update 200577 E)

Publication Date: 20040303

Assignee: METALLGESELLSCHAFT AG; DE (METG)

Inventor: BIRKE G

HIRSCH M

FRANZ V

Language: ZH

Application: CN 1999801834 A 19990223 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Original IPC: B01D-7/02(A) C07C-51/573(B)

Current IPC: B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)  
B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) B01J-  
8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-  
51/42(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-51/43(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) C07D-  
307/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) C07D-307/89(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,F)

Current ECLA class: B01J-8/00J2 B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

**Publication No.** CN 1287504 A (Update 200141 E)

Publication Date: 20010314

Assignee: METALLGESELLSCHAFT AG; DE (METG)

Language: ZH

Application: CN 1999801834 A 19990223 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Original IPC: B01D-7/02(A) C07C-51/573(B)

Current IPC: B01D-7/02(R,A,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)  
B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) B01J-  
8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-  
51/42(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-51/43(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) C07D-  
307/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) C07D-307/89(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,F)

Current ECLA class: B01J-8/00J2 B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

## Germany

**Publication No.** DE 19813286 A1 (Update 199947 B)

Publication Date: 19990930

### Verfahren zum Abtrennen von dampffoer migem Phthalsaeureanhydrid aus einem Gasstrom

Assignee: Metallgesellschaft AG, 60325 Frankfurt, DE (METG)

Inventor: Birke, Gerhard, Dr., 60389 Frankfurt, DE

Hirsch, Martin, Dr., 61381 Friedrichsdorf, DE

Franz, Volker, 60486 Frankfurt, DE

Language: DE (5 pages, 1 drawings)

Application: DE 19813286 A 19980326 (Local application)

Original IPC: C07D-307/89(A) C07B-63/00(B)

Current IPC: B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)

B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) B01J-

8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-

51/42(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-51/43(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) C07D-

307/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) C07D-307/89(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,F)

Current ECLA class: B01J-8/00J2 B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

Claim:

- 1. Verfahren zum Abtrennen von in einem Gasstrom dampfformig enthaltenem Phthalsaurc anhydrid (PSA) durch Kuhlen des Gasstroms und Verfestigen des PSA in einem Kuhler, der ein Wirbelbett enthält, welches aus PSA enthaltendem Granulat besteht, wobei das Wirbelbett indirekt gekühlt wird, dadurch gekennzeichnet, dass man den dampfformigen PSA enthaltenden Gasstrom durch ein im unteren Bereich des Kuhlers angeordnetes vertikales Rohr aufwärts leitet, dass das vertikale Rohr ein oberes Mundungsende aufweist, dass das Rohr und sein Mundungsende vom indirekt gekühlten Wirbelbett umgeben sind, dessen Temperatur im Bereich von 20 bis 90(deg)C liegt und dem man von unten Fluidisierungsgas zuführt, wobei die Suspensionsdichte des Wirbelbettes im Bereich von 300 bis 700 kg/m<sup>3</sup> liegt, dass der Innenbereich des Rohrs kein Wirbelbett aufweist, dass vom Wirbelbett über das Mundungsende des vertikalen Rohrs standig Granulat aus dem Wirbelbett in den dampfformigen PSA enthaltenden Gasstrom eingetragen und vom Gasstrom zu einem oberhalb des Rohrs und über dem Wirbelbett im Kuhler befindlichen Beruhigungsraum mitgeführt wird, wobei im Gasstrom enthaltenes dampfformiges PSA gekühlt und verfestigt wird und wobei verfestigtes PSA mindestens teilweise aus dem Beruhigungsraum auf das Wirbelbett fällt, dass man Gas aus dem Beruhigungsraum und aus dem Kuhler abführt und dass man PSA enthaltendes Granulat aus dem Wirbelbett abzieht.

**Publication No.** DE 59904956 G (Update 200340 E)

Publication Date: 20030515

Assignee: MG TECHNOLOGIES AG; DE (MGTE-N)

Language: DE

Application: DE 59904956 A 19990223 (Local application)

EP 1999942579 A 19990223 (Application)

WO 1999EP1158 A 19990223 (PCT Application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Related Publication: EP 1067995 A (Based on OPI patent )

WO 1999048583 A (Based on OPI patent )

Original IPC: B01D-7/02(A) C07C-51/573(B)

## EPO

**Publication No.** EP 1067995 A1 (Update 200105 E)

Publication Date: 20010117

### VERFAHREN ZUM ABTRENNEN VON DAMPFFORMIGEM PHTHALSAUREANHYDRID AUS EINEM GASSTROM

### METHOD FOR SEPARATING VAPOROUS PHTHALIC ACID ANHYDRIDE FROM A GAS STREAM PROCEDE DE SEPARATION DE VAPEURS D'ANHYDRIDE D'ACIDE PHTALIQUE D'UN FLUX GAZEUX

Assignee: Metallgesellschaft Aktiengesellschaft, Bockenheimer Landstrasse 73-77, 60325 Frankfurt am Main, DE (METG)

Inventor: BIRKE, Gerhard, Rotlintstrasse 69, D-60389 Frankfurt am Main, DE

HIRSCH, Martin, Am Vogelschutz 5, D-61381 Friedrichsdorf, DE

FRANZ, Volker, Kiesstrasse 29, D-60486 Frankfurt am Main, DE

Language: DE

Application: EP 1999942579 A 19990223 (Local application)

WO 1999EP1158 A 19990223 (PCT Application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Related Publication: WO 1999048583 A (Based on OPI patent)

Designated States: (Regional Original) AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

Original IPC: B01D-7/02(A) C07C-51/573(B)

Current IPC: B01D-7/02(R,A,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)

B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) B01J-

8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-

51/42(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-51/43(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) C07D-

307/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) C07D-307/89(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,F)

Current ECLA class: B01J-8/00J2 B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

Original Abstract: For cooling purposes the gas stream containing vaporous phthalic acid anhydride (PSA) is feed into a cooler (9) which in its lower area has a vertical pipe (10). The pipe (10) and its upper discharge opening (10a) are surrounded by an indirectly cooled fluidized bed (13) whose temperature is between 20 and 90 (deg)C and to which a fluidizing gas is fed from below (16). The suspension density of the fluidized bed (13) is between 300 and 700 kg/m<sup>3</sup> and the inner area of the pipe has no fluidized bed. The gas stream containing vaporous PSA flows upwards in the vertical pipe and into the cooler (9). Granulate is continuously introduced from the fluidized bed into the gas stream via the discharge opening (10a) of the vertical pipe (10) and carried to a settling chamber situated in the cooler above the pipe and the fluidized bed. In the process the vaporous PSA is cooled and solidified. Solidified PSA is precipitated at least partly from the settling chamber to the fluidized bed and granulate containing PSA is withdrawn from the fluidized bed.

**Publication No.** EP 1067995 B1 (Update 200325 E)

Publication Date: 20030409

### VERFAHREN ZUM ABTRENNEN VON DAMPFFORMIGEM PHTHALSAUREANHYDRID AUS EINEM GASSTROM

### METHOD FOR SEPARATING VAPOROUS PHTHALIC ACID ANHYDRIDE FROM A GAS STREAM

**PROCEDE DE SEPARATION DE VAPEURS D'ANHYDRIDE D'ACIDE PHTALIQUE D'UN FLUX GAZEUX**

Assignee: MG Technologies AG, Bockenheimer Landstrasse 73-77, 60325 Frankfurt am Main, DE (METG)

Inventor: BIRKE, Gerhard, Rotlintstrasse 69, D-60389 Frankfurt am Main, DE

HIRSCH, Martin, Am Vogelschutz 5, D-61381 Friedrichsdorf, DE

FRANZ, Volker, Kiesstrasse 29, D-60486 Frankfurt am Main, DE

Agent: Revesz, Veronika, c/o Lurgi AG, Abt. Patente, A-VRP, Lurgiallee 5, 60295 Frankfurt/Main, DE

Language: DE

Application: EP 1999942579 A 19990223 (Local application)

WO 1999EP1158 A 19990223 (PCT Application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Related Publication: WO 1999048583 A (Based on OPI patent )

Designated States: (Regional Original) AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

Original IPC: B01D-7/02(A) C07C-51/573(B)

Current IPC: B01D-7/02(R,A,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)  
B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) B01J-

8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-  
51/42(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-51/43(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) C07D-

307/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) C07D-307/89(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,F)

Current ECLA class: B01J-8/00J2 B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

Claim:

1. Verfahren zum Abtrennen von in einem Gasstrom dampfformig enthaltenem Phthalsäureanhydrid (PSA) durch Kuhlen des Gasstroms und Verfestigen des PSA in einem Kuhler, der ein Wirbelbett enthält, welches aus PSA enthaltendem Granulat besteht, wobei das Wirbelbett indirekt gekühlt wird, **dadurch gekennzeichnet, dass man den dampfformigen PSA enthaltenden Gasstrom durch ein im unteren Bereich des Kuhlers angeordnetes vertikales Rohr aufwärts leitet, dass das vertikale Rohr ein oberes Mundungsende aufweist, dass das Rohr und sein Mundungsende vom indirekt gekühlten Wirbelbett umgeben sind, dessen Temperatur im Bereich von 20 bis 90(deg)C liegt und dem man von unten fluidisierungsgas zuführt, wobei die Suspensionsdichte des Wirbelbettes im Bereich von 300 bis 700 kg/m<sup>3</sup> liegt, dass der Innenbereich des Rohrs kein Wirbelbett aufweist, dass vom Wirbelbett über das Mundungsende des vertikalen Rohrs standig Granulat aus dem Wirbelbett in den dampfformigen PSA enthaltenden Gasstrom eingetragen und vom Gasstrom zu einem oberhalb des Rohrs und über dem Wirbelbett im Kuhler befindlichen Beruhigungsraum mitgeführt wird, wobei im Gasstrom enthaltenes dampfformiges PSA gekühlt und verfestigt wird und wobei verfestigtes PSA mindestens teilweise aus dem Beruhigungsraum auf das Wirbelbett fällt, dass man Gas aus dem Beruhigungsraum und aus dem Kuhler abführt und dass man PSA enthaltendes Granulat aus dem Wirbelbett abzieht.**

1. A process of separating phthalic acid anhydride (PA) contained in the form of vapour in a gas stream by cooling the gas stream and solidifying the PA in a cooler which contains a fluidised bed that consists of granules containing PA, wherein the fluidised bed is cooled indirectly, **characterised in that** the gas stream containing

vaporous PA is passed upwards through a vertical tube disposed in the lower portion of the cooler, that the vertical tube has an upper orifice, that the tube and its orifice are surrounded by the indirectly cooled fluidised bed, whose temperature lies in the range from 20 to 90(deg)C and to which fluidising gas is supplied from the bottom, the suspension density of the fluidised bed lying in the range from 300 to 700 kg/m<sup>3</sup>, that the inner portion of the tube has no fluidised bed, that from the fluidised bed through the orifice of the vertical tube granules for the fluidised bed are constantly introduced into the gas stream containing vaporous PA and are entrained by the gas stream to a settling space disposed in the cooler upstream of the tube and above the fluidised bed, wherein vaporous PA contained in the gas stream is cooled and solidified, and wherein solidified PA at least partly drops from the settling space onto the fluidised bed, that gas is withdrawn from the settling space and from the cooler, and that granules containing PA are withdrawn from the fluidised bed.

1. Procédé de séparation d'anhydride d'acide phthalique (AAS) contenu sous forme de vapeur dans un courant de gaz, par refroidissement du courant de gaz et solidification de l'AAS dans un dispositif de refroidissement qui comporte un lit fluidisé constitué d'un granule contenant de l'AAS, le lit fluidisé étant refroidi par voie indirecte, caractérisé en ce que l'on envoie le courant de gaz contenant de l'AAS sous forme de vapeur en mouvement ascendant dans un tuyau vertical disposé à la partie inférieure du dispositif de refroidissement, en ce que le tuyau vertical a une extrémité supérieure d'embouchure, en ce que le tuyau et son extrémité d'embouchure sont entourés par le lit fluidisé refroidi par voie indirecte dont la température est de l'ordre de 20 à 90(deg)C et auquel on envoie par le bas du gaz de fluidisation, la masse volumique de suspension du lit fluidisé étant de l'ordre de 300 à 700 kg/m<sup>3</sup>, en ce que la partie interne du tuyau n'a pas de lit fluidisé, en ce que l'on introduit, par le lit fluidisé, par l'extrémité d'embouchure du tuyau vertical, constamment du granule provenant du lit fluidisé dans le courant de gaz contenant de l'AAS sous forme de vapeur et on l'entraîne par le courant de gaz vers une chambre de tranquillisation, se trouvant au-dessus du tuyau et sur le lit fluidisé, dans le dispositif de refroidissement, de l'AAS sous forme de vapeur contenu dans le courant de gaz étant refroidi et solidifié et l'AAS solidifié précipitant au moins en partie dans la chambre de tranquillisation sur le lit fluidisé, en ce que l'on évacue du gaz de la chambre de tranquillisation et du dispositif de refroidissement et que l'on retire du granule contenant de l'AAS du lit fluidisé.

## Spain

Publication No. ES 2195603 T3 (Update 200406 E)

Publication Date: 20031201

Assignee: MG TECHNOLOGIES AG (MGTE-N)

Language: ES

Application: EP 1999942579 A 19990223 (Application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Related Publication: EP 1067995 A (Based on OPI patent )

Original IPC: B01D-7/02(A) C07C-51/573(B)

Current IPC: B01D-7/02(R,I,A,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)  
B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) B01J-  
8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-  
51/42(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-51/43(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) C07D-  
307/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) C07D-307/89(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,F)

Current ECLA class: B01J-8/00J2 B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

## India

**Publication No.** IN 195140 B (Update 200534 E)

Publication Date: 20050121

Assignee: METALLGESELLSCHAFT AG; DE (METG)

Inventor: BIRKE G

FRANZ V

HIRSCH M

Language: EN

Application: IN 1998KO1388 A 19980804 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Original IPC: C07C-51/573(A)

Current IPC: C07C-51/573(A)

## Japan

**Publication No.** JP 2002507474 W (Update 200220 E)

Publication Date: 20020312

Language: JA (13 pages)

Application: WO 1999EP1158 A 19990223 (PCT Application)

JP 2000537625 A 19990223 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Related Publication: WO 1999048583 A (Based on OPI patent )

Original IPC: B01D-7/02(A) C07D-307/89(B)

Current IPC: B01D-7/02(A) C07D-307/89(B)

Current ECLA class: B01J-8/00J2 B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

**Publication No.** JP 4054176 B2 (Update 200817 E)

Publication Date: 20080227

Assignee: METALLGESELLSCHAFT AG; JP (METG)

Language: JA (7 pages)

Application: WO 1999EP1158 A 19990223 (PCT Application)

JP 2000537625 A 19990223 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Related Publication: JP 2002507474 A (Previously issued patent )

WO 1999048583 A (Based on OPI patent )

Original IPC: B01D-7/02(B,I,H,JP,20060101,20080207,A,F) B01D-7/02(B,I,M,98,20060101,20080207,C) C07D-307/00(B,I,M,98,20060101,20080207,C) C07D-307/89(B,I,H,JP,20060101,20080207,A,L)

Current IPC: B01D-7/02(B,I,H,JP,20060101,20080207,A,F) B01D-7/02(B,I,M,98,20060101,20080207,C) C07D-307/00(B,I,M,98,20060101,20080207,C) C07D-307/89(B,I,H,JP,20060101,20080207,A,L)

## Korea

**Publication No.** KR 2001033783 A (Update 200164 E)

Publication Date: 20010425

Assignee: METALLGESELLSCHAFT AG (METG)

Language: KO

Application: KR 2000707312 A 20000629 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Original IPC: B01D-7/02(A)

Current IPC: B01D-7/02(A)

**Publication No.** KR 519027 B (Update 200680 E)

Publication Date: 20051005

Assignee: METALLGESELLSCHAFT AG (METG)

Language: KO

Application: WO 1999EP1158 A 19990223 (PCT Application)

KR 2000707312 A 20000629 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Related Publication: KR 2001033783 A (Previously issued patent)

WO 1999048583 A (Based on OPI patent )

Original IPC: B01D-7/02(A) C07C-51/573(B)

Current IPC: B01D-7/02(A) C07C-51/573(B)

## Taiwan

**Publication No.** TW 546255 A (Update 200408 E)

Publication Date: 20030811

Assignee: METALLGESELLSCHAFT AG; DE (METG)

Language: ZH

Application: TW 1998115514 A 19980917 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Original IPC: C07D-307/89(A)

Current IPC: C07D-307/89(A)

Current ECLA class: B01J-8/00J2 B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

## United States

**Publication No.** US 6368389 B1 (Update 200227 E)

Publication Date: 20020409

**Method for separating vaporous phthalic acid anhydride from a gas stream.**

Assignee: Metallgesellschaft Aktiengesellschaft, Frankfurt, DE (METG)

Inventor: Birke, Gerhard, Frankfurt/Main, DE

Hirsch, Martin, Friedrichsdorf, DE

Franz, Volker, Frankfurt/Main, DE

Agent: Dueno; Herbert

Language: EN

Application: WO 1999EP1158 A 19990223 (PCT Application)

US 2000554925 A 20000518 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Related Publication: WO 1999048583 A (Based on OPI patent )

Original IPC: B01D-7/02(A) B01D-53/00(B)

Current IPC: B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)  
B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) B01J-  
8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-  
51/42(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-51/43(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) C07D-  
307/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) C07D-307/89(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,F)

Current ECLA class: B01J-8/00J2 B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

Current US Class (main): 95-275000

Current US Class (secondary): 55-282500 55-338100 55-340000 55-474000 95-276000 95-290000 96-373000

Original US Class (main): 95275

Original US Class (secondary): 95276 95290 96373 55282.5 55338.1 55340 55474

Original Abstract: Phthalic acid anhydride is recovered from a gas stream containing phthalic acid anhydride vapors by passing the gas stream upwardly through a vertical tube so that the gases expand at the orifice at the upper end of the tube and mix with granules entrained above the tube by fluidizing gas of a fluidized bed of phthalic acid anhydride granules around the tube. The tube, kept free from phthalic acid anhydride granules and the fluidized bed, is indirectly cooled.

Claim:

1. A method of recovering phthalic acid anhydride from a gas stream containing phthalic acid anhydride as a vapor, comprising the steps of:
  - (a) continuously passing said gas stream containing phthalic acid anhydride as a vapor upwardly through a vertical tube having a discharge orifice at an upper end of said vertical tube;
  - (b) fluidizing a bed of granules containing phthalic acid anhydride around said tube by passing a fluidizing gas upwardly through said bed and inducing granules from said bed to migrate above said discharge orifice and to mix with the gas stream containing phthalic acid anhydride as a vapor as said gas stream emerges from said orifice;
  - (c) cooling said gas stream at least in part by expanding said gas stream into a space above said bed and said orifice wherein said gas stream mixes continuously with said granules, whereby phthalic acid anhydride deposits on said granules and said granules fall back from said space into said bed;
  - (d) indirectly cooling said bed to a temperature in a range of 20(deg)C. to 90(deg)C. by passing a cooling fluid through cooling elements in contact therewith;
  - (e) maintaining a suspension density of the granules in said bed of 300 to 700 kg/m<sup>3</sup> and an interior of said tube free from said granules;
  - (f) continuously withdrawing gas from said space above said bed and said orifice; and

- (g) withdrawing granules containing phthalic acid anhydride from said bed.

## WIPO

**Publication No.** WO 1999048583 A1 (Update 199948 E)

Publication Date: 19990930

**VERFAHREN ZUM ABTRENNEN VON DAMPFFORMIGEM PHTHALSAUREANHYDRID AUS EINEM GASSTROM**

**METHOD FOR SEPARATING VAPOROUS PHTHALIC ACID ANHYDRIDE FROM A GAS STREAM  
PROCEDE DE SEPARATION DE VAPEURS D'ANHYDRIDE D'ACIDE PHTALIQUE D'UN FLUX  
GAZEUX**

Assignee: (except US) METALLGESELLSCHAFT AKTIENGESELLSCHAFT, Bockenheimer Landstrasse 73-77, D-60325 Frankfurt am Main, DE Residence: DE Nationality: DE (METG)

(only US) BIRKE, Gerhard, Rotlintstrasse 69, D-60389 Frankfurt am Main, DE Residence: DE Nationality: DE

(only US) HIRSCH, Martin, Am Vogelschutz 5, D-61381 Friedrichsdorf, DE Residence: DE Nationality: DE

(only US) FRANZ, Volker, Kiesstrasse 29, D-60486 Frankfurt am Main, DE Residence: DE Nationality: DE

Inventor: BIRKE, Gerhard, Rotlintstrasse 69, D-60389 Frankfurt am Main, DE Residence: DE Nationality: DE

HIRSCH, Martin, Am Vogelschutz 5, D-61381 Friedrichsdorf, DE Residence: DE Nationality: DE

FRANZ, Volker, Kiesstrasse 29, D-60486 Frankfurt am Main, DE Residence: DE Nationality: DE

Agent: METALLGESELLSCHAFT AKTIENGESELLSCHAFT, Bockenheimer Landstrasse 73-77, D-60325 Frankfurt am Main, DE

Language: DE

Application: WO 1999EP1158 A 19990223 (Local application)

Priority: DE 19813286 A 19980326

Designated States: (National Original) CN JP KR US

(Regional Original) AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE

Original IPC: B01D-7/02(A) C07C-51/573(B)

Current IPC: B01D-7/02(R,A,I,M,JP,20060101,20051220,A,L) B01D-7/02(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,L)

B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/00(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) B01J-

8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) B01J-8/18(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-

51/42(R,I,M,EP,20060101,20051008,C) C07C-51/43(R,I,M,EP,20060101,20051008,A) C07D-

307/00(R,I,M,JP,20060101,20051220,C,F) C07D-307/89(R,I,M,JP,20060101,20051220,A,F)

Current ECLA class: B01J-8/00J B01J-8/18K4 C07C-51/43+63/16

Current ECLA ICO class: L01J-208:00C2D2D L01J-208:00C2D6B

Original Abstract: Zum Kuhlen wird der dampfformiges Phthalsaurcanhydrid (PSA) enthaltende Gasstrom in einen Kuhler (9) geleitet, der im unteren Bereich ein vertikales Rohr (10) aufweist. Das Rohr (10) und sein oberes Mundungsende (10a) sind von einem indirekt gekühlten Wirbelbett (13) umgeben, dessen Temperatur im Bereich von 20 bis 90 (deg)C liegt und dem man von unten (16) Fluidisierungsgas zuführt. Dabei liegt die Suspensionsdichte des Wirbelbettes (13) im Bereich von 300 bis 700 kg/m<sup>3</sup>, der Innenbereich des Rohrs weist kein Wirbelbett auf. Der dampfformiges PSA enthaltende Gasstrom strömt in dem vertikalen Rohr aufwärts in den Kuhler (9), wobei vom Wirbelbett über das Mundungsende (10a) des vertikalen Rohrs (10) standig Granulat aus dem Wirbelbett in den Gasstrom eingetragen und zu einem oberhalb des Rohrs über dem Wirbelbett im Kuhler befindlichen

Beruhigungsraum mitgeführt wird. Dabei wird das dampfformige PSA gekühlt und verfestigt. Verfestigtes PSA fällt mindestens teilweise aus dem Beruhigungsraum auf das Wirbelbett, und PSA enthaltendes Granulat wird aus dem Wirbelbett abgezogen.

For cooling purposes the gas stream containing vaporous phthalic acid anhydride (PSA) is feed into a cooler (9) which in its lower area has a vertical pipe (10). The pipe (10) and its upper discharge opening (10a) are surrounded by an indirectly cooled fluidized bed (13) whose temperature is between 20 and 90 (deg)C and to which a fluidizing gas is fed from below (16). The suspension density of the fluidized bed (13) is between 300 and 700 kg/m<sup>3</sup> and the inner area of the pipe has no fluidized bed. The gas stream containing vaporous PSA flows upwards in the vertical pipe and into the cooler (9). Granulate is continuously introduced from the fluidized bed into the gas stream via the discharge opening (10a) of the vertical pipe (10) and carried to a settling chamber situated in the cooler above the pipe and the fluidized bed. In the process the vaporous PSA is cooled and solidified. Solidified PSA is precipitated at least partly from the settling chamber to the fluidized bed and granulate containing PSA is withdrawn from the fluidized bed.

Pour assurer un refroidissement, on guide le flux gazeux contenant les vapeurs d'anhydride d'acide phthalique (PSA) dans un refroidisseur (9) dont la zone inférieure est pourvue d'un tuyau vertical (10). Le tuyau (10) et son extrémité supérieure de dégorgement (10a) sont entourés d'un lit fluidisé (13) à refroidissement indirect dont la température se situe entre 20 et 90 (deg)C et auquel on apporte un gaz de fluidisation par en-bas (16). La densité de suspension du lit fluidisé se situe entre 300 et 700 kg/m<sup>3</sup> et la zone intérieure du tuyau ne présente aucun lit fluidisé. Le flux gazeux contenant les vapeurs de PSA remonte le tuyau vertical du refroidisseur (9). Des granules sont introduits en permanence du lit fluidisé au flux gazeux via l'extrémité de dégorgement (10a) du tuyau vertical (10) et entraînés jusqu'à un compartiment de stabilisation placé dans le refroidisseur au-dessus du tuyau et du lit fluidisé. Les vapeurs de PSA sont refroidies et solidifiées. Le PSA solidifié est précipité au moins partiellement du compartiment de stabilisation vers le lit fluidisé, et les granules contenant le PSA sont retirés du lit fluidisé.

⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑯ **Offenlegungsschrift**  
**DE 198 13 286 A 1**

⑯ Int. Cl. 5:  
**C 07 D 307/89**  
C 07 B 63/00

DE 198 13 286 A 1

⑯ Aktenzeichen: 198 13 286.7  
⑯ Anmeldetag: 26. 3. 98  
⑯ Offenlegungstag: 30. 9. 98

⑯ Anmelder:  
Metalgesellschaft AG, 60325 Frankfurt, DE

⑯ Erfinder:  
Birke, Gerhard, Dr., 60389 Frankfurt, DE; Hirsch, Martin, Dr., 61381 Friedrichsdorf, DE; Franz, Volker, 60486 Frankfurt, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑯ Verfahren zum Abtrennen von dampfförmigen Phthalsäureanhydrid aus einem Gasstrom

⑯ Zum Kühlen wird der dampfförmige Phthalsäureanhydrid (PSA) enthaltende Gasstrom in einen Kühlrohr geleitet, der im unteren Bereich ein vertikales Rohr aufweist. Des Rohr und sein oberes Mündungsende sind von einem indirekt gekühlten Wirbelbett umgeben, dessen Temperatur im Bereich von 20 bis 90° C liegt und dem man von unten Fluidisierungsgas zuführt. Dabei liegt die Suspensionsdichte des Wirbelbettes im Bereich von 300 bis 700 kg/m<sup>3</sup>, der Innenbereich des Rohrs weist kein Wirbelbett auf. Der dampfförmige PSA enthaltende Gasstrom strömt in dem vertikalen Rohr aufwärts in den Kühlrohr, wobei vom Wirbelbett über das Mündungsende des vertikalen Rohrs ständig Granulat aus dem Wirbelbett in den Gasstrom eingebracht und zu einem oberhalb des Rohrs über dem Wirbelbett im Kühlrohr befindlichen Beruhigungsraum mitgeführt wird. Dabei wird das dampfförmige PSA gekühlt und verfestigt. Verfestigtes PSA fällt mindestens teilweise aus dem Beruhigungsraum auf das Wirbelbett und PSA enthaltendes Granulat wird aus dem Wirbelbett abgezogen.

DE 198 13 286 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Abtrennen von in einem Gasstrom dampfförmig enthaltenem Phthalisäureanhydrid (PSA) durch Kühlen des Gasstroms und verfestigen des PSA in einem Kühlern, der ein Wirbelbett enthält, welches aus PSA enthaltendem Granulat besteht, wobei das Wirbelbett indirekt gekühlt wird.

Ein solches Verfahren ist aus GB-A-983084 bekannt. Bei diesem Verfahren leitet man den PSA-haltigen Gasstrom in den unteren Bereich eines gekühlten Wirbelbettes. Hierbei wird zwangsläufig das Gas jedoch weitgehend in Form von Blasen durch das Wirbelbett geführt, wobei sich die Blasen sehr stabil verhalten. Die Gasblasen verhindern einen intensiven Wärmetransfer zwischen dem in den Blasen enthaltenen PSA-Dampf und den relativ kalten Feststoffpartikeln des Wirbelbettes. Die Kühlung des PSA-Dampfes bleibt deshalb mangelhaft und man erreicht erfahrungsgemäß nur, daß höchstens 50% des PSA-Dampfes im Wirbelbett kondensiert werden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, mit Hilfe eines indirekt gekühlten Wirbelbettes den dampfförmigen PSA enthaltenden Gasstrom intensiv zu kühlen, so daß das PSA aus dem Gasstrom mit hoher Wirksamkeit abgeschieden wird. Erfahrungsgemäß wird dies dadurch erreicht, daß man den dampfförmigen PSA enthaltenden Gasstrom durch ein im unteren Bereich des Kühlers angeordnetes vertikales Rohr aufwärts leitet, daß das vertikale Rohr ein oberes Mündungsende aufweist, daß das Rohr und sein Mündungsende vom indirekt gekühlten Wirbelbett umgeben sind, dessen Temperatur im Bereich von 20 bis 90°C liegt und daß man von unten Fluidisierungsgas zuführt, wobei die Suspensionsdichte des Wirbelbettes im Bereich von 300 bis 700 kg/m<sup>3</sup> liegt, daß der Innenebereich des Rohrs kein Wirbelbett aufweist, daß vom Wirbelbett über das Mündungsende des vertikalen Rohrs ständig Granulat aus dem Wirbelbett in den dampfförmigen PSA enthaltenden Gasstrom eingetragen und vom Gasstrom zu einem oberhalb des Rohrs und über dem Wirbelbett im Kühlerr befindlichen Beruhigungsraum mitgeführt wird, wobei im Gasstrom enthaltenes dampfförmiges PSA gekühlt und verfestigt wird und wobei verfestigtes PSA mindestens teilweise aus dem Beruhigungsraum auf das Wirbelbett fällt, daß man Gas aus dem Beruhigungsraum und aus dem Kühlerr abführt und daß man PSA enthaltendes Granulat aus dem Wirbelbett abzieht.

Durch das erfundungsgemäß Verfahren werden im Kühlerr über 90% des eingelegten PSA-Dampfes gekühlt und verfestigt. Üblicherweise wird man vom Wirbelbett im Bereich des Mündungsendes des vertikalen Rohrs 10 bis 50 kg Feststoff pro m<sup>3</sup> das in den PSA enthaltenden Gasstrom einbringen. Der Beruhigungsraum und auch der Bereich direkt oberhalb des Mündungsendes des vertikalen Rohrs ist frei von einem Wirbelbett. Es befinden sich dort nur relativ geringe Feststoffmengen, so daß sich dort auch keine Gasblasen bilden können, wie sie in einem Wirbelbett aber unvermeidbar sind.

Es ist vorteilhaft, wenn das Granulat des Wirbelbettes zu mindestens 80 Gew.-% aus Korngrößen von höchstens 1 mm besteht, wenn man ohne Hilfsgranulat arbeitet. Das relativ feinkörnige Granulat ist gut fließfähig und kann im Wirbelbett mit hoher Wärmetransferrate indirekt gekühlt werden.

Zum Fluidisieren des Wirbelbettes können verschiedenartige Gase verwendet werden. Zweckmäßigerweise verwendet man aus dem Kühlerr abgezogenes, mindestens teilweise entstaubtes Gas oder aber Luft oder ein Gemisch dieser beiden Gase.

Der das dampfförmige PSA enthaltende Gasstrom kommt üblicherweise aus einem Reaktor zum katalytischen Erzeugen von PSA aus Orthoxylol oder Naphthalin mit Luft. Der dampfförmige PSA enthaltende Gasstrom, der auf diese bekannte Weise erzeugt wird, kann zunächst in einem Abhitzekessel ein- oder mehrstufig indirekt gekühlt werden, bevor man ihn zur Schlußkühlung in das vertikale Rohr leitet. Eine Verdampfung ohne Kondensation und ohne Erzeugen von festem PSA kann vorteilhaft sein, wenn man die Wärmebelastung in der Schlußkühlung verringern will.

Ein Kühlerr der Art, wie er beim erfundungsgemäß Verfahren zum Verfestigen des PSA-Dampfes verwendet wird, ist in EP-B-0467441 beschrieben. Dieser Kühlerr ist insbesondere zur Kühlung eines Abgases aus der Verhüttung von Bleierz vorgesehen, wobei die Gasreinigung vor allem den Erfordernissen des Umweltschutzes gerecht wird. Es hat sich nur gezeigt, daß der prinzipiell bekannte Kühlerr in der Lage ist, relativ große Mengen an PSA, die dampfförmig herangeführt werden, zu verfestigen.

Für den Aufbau des Wirbelbettes im Kühlerr, welches das vertikale Rohr umgibt, kann man ohne ein Hilfsgranulat oder aber mit einem solchen Hilfsgranulat, z. B. Sand mit Körnungen von etwa 0,05 bis 1 mm, arbeiten. Im gekühlten Wirbelbett kondensiert PSA auf dem Hilfsgranulat und wird mit diesem abgezogen. Außerhalb des Wirbelbettes trennt man das rohe PSA vom Hilfsgranulat, z. B. durch Abschmelzen, und kann das Hilfsgranulat wieder zurück in das Wirbelbett führen. Wenn man ohne Hilfsgranulat arbeitet, entfällt dieser Trennungsschritt.

Ausgestaltungsmöglichkeiten des Verfahrens werden mit Hilfe der Zeichnung erläutert. Die Zeichnung zeigt ein Fließschema des Verfahrens.

In an sich bekannte Weise wird im Röhrenreaktor (1) aus einem Gemisch von Naphthalin oder Orthoxylol und Luft, das in der Leitung (2) herangeführt wird, katalytisch PSA bei Temperaturen von etwa 300 bis 500°C erzeugt. Der dampfförmige PSA enthaltende Gasstrom, der als Produkt der Umsetzung im Reaktor 1 entsteht, strömt in der Leitung (3) zu einem Abhitzekessel (4), in welchem eine erste Kühlung stattfindet. Dabei kondensiert PSA noch nicht aus. Mit Temperatur von üblicherweise 150 bis 250°C strömt der PSA-haltige Gasstrom dann durch die Leitungen (5) und (5b), durch das geöffnete Ventil (6) und die Leitung (7) zum Schlußkühlerr (9). Bei dieser Verfahrensvariante ist das Ventil (6) geschlossen.

Der Kühlerr (9) weist im unteren zentralen Bereich ein vertikales Rohr (10) auf, dazu einen Gasverteiler (11) und darunter eine Verteilkammer (12) für Fluidisierungsgas. Der das Rohr (10) umgebende Ringraum ist mit Kühllementen (14) versehen, die zur Wärmeaushöhung von einem Kühlflüssigkeit durchströmt werden. Als Kühlflüssigkeit eignet sich z. B. Wasser oder Öl. Im Kühlerr (9) befindet sich im Ringraum über dem Gasverteiler (11) ein Wirbelbett (13) aus PSA-haltigem Granulat, wobei das Wirbelbett ein wenig über das obere Mündungsende (10a) des Rohrs (10) hinaus reicht. Mindestens 80 Gewichtsprozent des Granulats des Wirbelbettes weisen Korngrößen im Bereich von höchstens 1 mm auf. Fluidisierungsgas, das durch den Gasverteiler (11) aufwärts strömt, wird zuvor durch die Leitung (16) in die Verteilkammer (12) geführt. Bei diesem Fluidisierungsgas kann es sich entweder um rückgeführtes Gas aus der Leitung (17) oder um Luft

aus der Leitung (18) handeln, die durch das Gebläse (19) angesaugt wird, oder um ein Gemisch aus Luft und rückgeführtem Gas.

Im Schlußkühler (9) liegt die Looorhrgeschwindigkeit des Fluidisierungsgases im Wirbelbett (13) üblicherweise im Bereich von 0,1 bis 0,6 m/s. Die Gasgeschwindigkeiten im Rohr (10) liegen etwa im Bereich von 20 bis 50 m/s und im Beruhigungsraum (9a), der sich oberhalb des Mündungsendes (10a) befindet, ist die effektive Gasgeschwindigkeit etwa 2 bis 3 m/s. Das Volumen des Fluidisierungsgases beträgt 10 bis 30% und zumeist 15 bis 25% des Volumens des Gasstroms der Leitung (7). Die Suspensionsdichte im Wirbelbett (13) liegt im Bereich von 300 bis 700 kg/m<sup>3</sup> und zumeist 350 bis 600 kg/m<sup>3</sup>. Das Wirbelbett (13) endet knapp oberhalb des Mündungsendes (10a) des Rohrs (10). Ein Wirbelbett befindet sich im Beruhigungsraum (9a) nicht. Auf diese Weise sorgt man dafür, daß 10 bis 50 kg Feststoff pro Nm Gas in den Gasstrom eingebracht werden, der im Rohr (10) aufwärts strömt. Im Wirbelbett (13) gekühltes Granulat mischt sich auf diese Weise mit dem Rohr (10) verlassenden Gasstrom, wird von diesem aufwärts in den Beruhigungsraum (9a) mitgeführt und sorgt dadurch für eine schnelle und intensive Abkühlung des Gases und des dampfförmigen PSA. In den Beruhigungsraum (9a) wird eine Gas-Feststoff-Suspension gebildet, wobei die Gasgeschwindigkeit durch die Expansion des Gasraums rasch abfällt. Hierbei verlieren die Feststoffe an Geschwindigkeit und fallen wieder in die Wirbelschicht (13) zurück. Es kann zweckmäßig sein, die Innenwand des Kühlers (9), auch im Bereich des Beruhigungsraums (9a) und darüber, mit Kühllementen zu versehen, was aber in der Zeichnung zur Vereinfachung nicht berücksichtigt wurde.

Um ausreichend gekühltes Granulat im Wirbelbett (13) bereitzuhalten, hölt man die Temperaturen dort üblicherweise bei 20 bis 90°C und vorzugsweise 50-80°C. Als Produkt zieht man durch die Leitung (30) PSA-Granulat aus dem Kühler (9) ab. Dieses Granulat wird dann üblicherweise noch einer an sich bekannten Feinreinigung zugeführt, wie sie z. B. in DE-C-35 38 911 beschrieben ist. Wenn man mit einem Hilfsgranulat z. B. Sand, arbeitet, werden dessen Körner im gekühlten Wirbelbett durch anfließende PSA verglüht. Dieses Granulat zieht man in der Leitung (30) ab und trennt PSA vom Hilfsgranulat, z. B. durch Abschmelzen.

Gas, welches eine gewisse Menge an Feststoffen mitführt, wird vom oberen Ende des Kühlers (9) durch den Kanal (20) abgeleitet und zunächst zu einem Abscheidezyklon (21) geführt. Abgeschiedene Feststoffe gelangen in den Pufferbehälter (22) und von da durch die Leitung (23) und ein Dosierorgan (24) zurück in den Kühler (9). Das den Abscheider (21) verlassende Gas strömt durch die Leitung (25) zu einem Filter (26), wobei abgeschiedene Feststoffe durch die Leitung (27) dem Pufferbehälter (22) aufgegeben werden. Das Filter (26) kann z. B. ein Schlauch- oder Elektrofilter sein. Einstaubiges Gas zieht in der Leitung (28) ab und kann ganz oder teilweise zu einer nicht dargestellten Nachverbrennung geführt werden. Üblicherweise zweigt man einen Teilstrom des entstaubten Gases in der Leitung (15) ab und führt es durch das Gebläse (29) und die Leitung (17) als Fluidisierungsgas zurück in den Kühler (9).

Eine Verfahrensvariante besteht darin, das aus dem Abhitzekessel (4) kommende, PSA-haltige Gas bei geschlossenem Ventil (6) und geöffnetem Ventil (8) durch einen Kühler (31) zu führen, in welchem ein Teil des PSA kondensiert und flüssig in der Leitung (32) abgezogen wird. Das restliche, PSA-haltige Gas wird dann durch die Leitungen (7a) und (7) zum Schlußkühler (9) geführt.

#### Beispiel

Man arbeitet mit einer der Zeichnung entsprechenden Verfahrensführung, wobei das Ventil (6) geschlossen und das Ventil (8) offen ist. Der Schlußkühler (9) hat eine Gesamthöhe von 10 m, einen Durchmesser im Bereich des Wirbelbettes (13) von 3 m und eine Höhe zwischen dem Verteiler (11) und der oberen Mündung (10a) des Rohrs (10) von 2 m. Im Rohr (10), das einen Durchmesser von 0,7 m hat, beträgt die Gasgeschwindigkeit 40 m/sec, die Leerhrgeschwindigkeit des Fluidisierungsgases im Ringraum (13) beträgt 0,3 m/sec. Das Wirbelbett (13) hat eine Suspensionsdichte von 450 kg/m<sup>3</sup>, die Körnergrößen des PSA-Granulats liegen unter 1 mm und der Mittelwert  $d_{50}$  beträgt 0,3 mm. Es wird ohne Hilfsgranulat im Kühler (9) gearbeitet.

Pro Stunde werden im Röhrenreaktor (1) 3900 kg Orthoxylol mit 51600 kg Luft umgesetzt. Die Drücke liegen zwischen 1 und 1,5 bar, die nachfolgend gegebenen Daten sind teilweise berechnet.

Bei den in der Tabelle genannten Gasen handelt es sich um O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>O enthaltende Gemische.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

| Leitung              | 3     | 7     | 30   |
|----------------------|-------|-------|------|
| PSA (kg/h)           | 4283  | 2364  | 2324 |
| Orthoxylol (kg/h)    | 0,5   | 0,5   | --   |
| Nebenprodukte (kg/h) | 245   | 243   | 2    |
| Gase (kg/h)          | 50990 | 50980 | 1    |
| Temperatur (°C)      | 370   | 137   | 65   |

Pro Stunde werden in der Leitung (18) 2000 m<sup>3</sup> Luft herangeführt, in der Leitung (17) strömen 6000 m wasser dampfthaltiges Gas mit 100°C. Durch die Leitung (28) werden 50300 m<sup>3</sup> wasser dampfhaftiges Gas aus dem Verfahren entfernt.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Abtrennen von in einem Gasstrom dampfförmig enthaltenem Phthalikureanhydrid (PSA) durch Kühlen des Gastroms und Verfestigen des PSA in einem Kühlern, der ein Wirbelbett enthält, welches aus PSA enthaltenden Granulat besteht, wobei das Wirbelbett indirekt gekühlt wird, dadurch gekennzeichnet, daß man den dampfförmigen PSA enthaltenden Gasstrom durch ein im unteren Bereich des Kühlers angesetztes vertikales Rohr aufwärts leitet, daß das vertikale Rohr ein oberes Mündungsende aufweist, daß das Rohr und sein Mündungsende von einem indirekt gekühlten Wirbelbett umgeben sind, dessen Temperatur im Bereich von 20 bis 90°C liegt und dem Raum von unten Fluidisierungsgas zuführt, wobei die Suspensionsdichte des Wirbelbettes im Bereich von 300 bis 700 kg/m<sup>3</sup> liegt, daß der Innenbereich des Rohrs kein Wirbelbett aufweist, daß vom Wirbelbett über das Mündungsende des vertikalen Rohrs ständig Granulat aus dem Wirbelbett in den dampfförmigen PSA enthaltenden Gasstrom eingebracht und vom Gastrom zu einem oberhalb des Rohrs und über dem Wirbelbett im Kühlerr befindlichen Beruhigungsraum mitgeführt wird, wobei im Gastrom enthaltenes dampfförmiges PSA gekühlt und verfestigt wird und wobei verfestigtes PSA mindestens teilweise aus dem Beruhigungsraum auf das Wirbelbett fällt, daß man Gas aus dem Beruhigungsraum und aus dem Kühlerr abführt und daß man PSA enthaltendes Granulat aus dem Wirbelbett abzieht.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man vom Wirbelbett im Bereich des Mündungsendes des vertikalen Rohrs 10 bis 50 kg Feststoff pro Nm Gas in den PSA enthaltenden Gasstrom einbringt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der dampfförmige PSA enthaltende Gasstrom ein- oder mehrstufig indirekt gekühlt wird, bevor man ihn in das vertikale Rohr des Kühlers leitet.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das aus dem Kühlerr abgeführte Gas nach Abrennen von Feststoffen mindestens teilweise als Fluidisierungsgas in das Wirbelbett geleitet wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1 oder einem der folgenden, dadurch gekennzeichnet, daß das Granulat des Wirbelbettes zu mindestens 80 Gewichtsprozent Korngrößen von höchstens 1 mm aufweist.
6. Verfahren nach Anspruch 1 oder einem der folgenden, dadurch gekennzeichnet, daß man Luft als Fluidisierungsgas in das Wirbelbett leitet.
7. Verfahren nach Anspruch 1 oder einem der folgenden, dadurch gekennzeichnet, daß man den dampfförmigen PSA enthaltenden Gastrom zum Kühlerr zunächst durch einen indirekten Wärmeaustauscher und anschließend in das vertikale Rohr des Kühlers leitet, wobei man aus dem indirekten Wärmeaustauscher flüssiges PSA abzieht.
8. Verfahren nach Anspruch 1 oder einem der folgenden, dadurch gekennzeichnet, daß das Wirbelbett ein Hilfsgranulat enthält.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

**- Leerseite -**

